

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-81236

(P2001-81236A)

(43)公開日 平成13年3月27日(2001.3.27)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>  
C 0 8 K 5/098  
5/521  
7/16  
C 0 8 L 23/00

識別記号

F I  
C 0 8 K 5/098  
5/521  
7/16  
C 0 8 L 23/00

テーマコート<sup>®</sup>(参考)  
4 J 0 0 2

審査請求 未請求 請求項の数12 O.L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平11-261282

(22)出願日 平成11年9月14日(1999.9.14)

(71)出願人 000174541  
堺化学工業株式会社  
大阪府堺市戎之町西1丁1番23号  
(72)発明者 高橋 秀行  
大阪府堺市戎島町5丁1番地 堺化学工業  
株式会社内  
(72)発明者 阿部 勝  
大阪府堺市戎島町5丁1番地 堺化学工業  
株式会社内  
(74)代理人 100079120  
弁理士 牧野 逸郎

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 顆粒状造核剤組成物とこれを配合してなるポリオレフィン樹脂組成物

(57)【要約】

【課題】造核剤のポリオレフィン樹脂への分散性にすぐれ、従って、得られるポリオレフィン樹脂の剛性を改善することができる顆粒状造核剤組成物とこれを配合してなるポリオレフィン樹脂組成物を提供することにある。

【解決手段】造核剤100重量部に対して、金属石ケン10~100重量部と融点が金属石ケンよりも低い有機化合物からなる接着剤10重量部以上とを回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合すると共に上記接着剤を軟化させて顆粒状に粒状化してなる顆粒状造核剤組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】造核剤100重量部に対して、金属石ケン10～100重量部と融点が金属石ケンよりも低い有機化合物からなる結着剤10重量部以上とからなる顆粒状造核剤組成物。

【請求項2】造核剤100重量部に対して、金属石ケン10～100重量部と融点が金属石ケンよりも低い有機化合物からなる結着剤10重量部以上とを回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合すると共に上記結着剤を軟化させて顆粒状に粒状化してなる顆粒状造核剤組成物。

【請求項3】造核剤が有機リン酸エステル金属塩及び芳香族カルボン酸金属塩から選ばれる少なくとも1種である請求項1又は2に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項4】有機リン酸エステル金属塩がアルカリ金属塩である請求項3に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項5】有機リン酸エステル金属塩がリチウム塩、カリウム塩又はナトリウム塩である請求項4に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項6】芳香族カルボン酸金属塩がアルカリ金属塩である請求項3に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項7】芳香族カルボン酸金属塩がナトリウム塩である請求項3に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項8】芳香族カルボン酸金属塩がアルミニウム塩である請求項3に記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項9】芳香族カルボン酸金属塩が安息香酸金属塩である請求項6から8のいずれかに記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項10】50μmから2mmの範囲の平均粒径を有する請求項1から9のいずれかに記載の顆粒状造核剤組成物。

【請求項11】ポリオレフィン樹脂100重量部に請求項1から10のいずれかに記載の顆粒状造核剤組成物を造核剤換算にて0.005～5重量部を配合してなるポリオレフィン樹脂組成物。

【請求項12】ポリオレフィン樹脂がポリエチレン又はポリプロピレンである請求項11に記載のポリオレフィン樹脂組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、造核剤をポリオレフィン樹脂に均一に分散させることができる顆粒状造核剤組成物とそのような顆粒状造核剤組成物を配合してなるポリオレフィン樹脂組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等のポリオレフィン樹脂は、加熱成形後の結晶化速度が遅いので、成形サイクルの向上や成形物の剛性の改良等を目的として、成形に際して、樹脂に造核剤を配合することは、既に、よく知られている。

## 【0003】従来、造核剤としては、例えば、亜リン酸

エステルアルカリ金属塩や芳香族カルボン酸金属塩等が知られている。このような造核剤は、通常、粉末であり、特に、ポリオレフィン樹脂に配合する際には、分散性にすぐれるように、微粉末であることが求められている。

【0004】しかしながら、造核剤を微粉末とすれば、二次凝集が起こりやすく、却って、分散性に劣ることとなるほか、作業時に粉塵が発生し、作業環境を悪化させ、粉塵爆発のおそれもある。また、貯蔵時に凝集してケーキングやブロッキングを起こしたり、移送時にブリッジングを起こして、生産性に悪影響を及ぼす問題もある。

【0005】そこで、造核剤に安定剤や滑剤等の添加剤を加え、造核剤の濃度の高いペレットを製造し、これを樹脂に配合することも、既に、提案されている。しかし、このようにペレットに成形した造核剤組成物は、粉塵対策には効果があるものの、分散性は依然として劣るものであり、また、ペレットは、これを製造するための工程が長く、コストアップの原因となる。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来の造核剤の粒状化における上述したような問題を解決するためになされたものであって、造核剤のポリオレフィン樹脂への分散性にすぐれ、従って、得られるポリオレフィン樹脂の剛性を改善することができる顆粒状造核剤組成物とこれを配合してなるポリオレフィン樹脂組成物を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、造核剤100重量部に対して、金属石ケン10～100重量部と融点が金属石ケンよりも低い有機化合物からなる結着剤10重量部以上とからなる顆粒状造核剤組成物が提供される。

【0008】特に、本発明によれば、造核剤100重量部に対して、金属石ケン10～100重量部と融点が金属石ケンよりも低い有機化合物からなる結着剤10重量部以上とを回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合すると共に上記結着剤を軟化させて顆粒状に粒状化してなる顆粒状造核剤組成物が提供される。

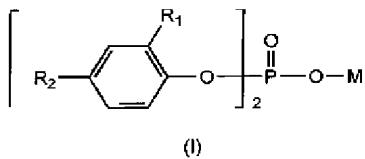
## 【0009】

【発明の実施の形態】本発明において用いる造核剤は、タルクをはじめ、従来より、一般にポリオレフィン樹脂に造核剤として用いられているものであれば、いずれでもよいが、好ましくは、有機リン酸エステル金属塩及び芳香族カルボン酸金属塩から選ばれる少なくとも1種である。

【0010】本発明において用いる有機リン酸エステル金属塩は、好ましくは、一般式(I)

## 【0011】

## 【化1】

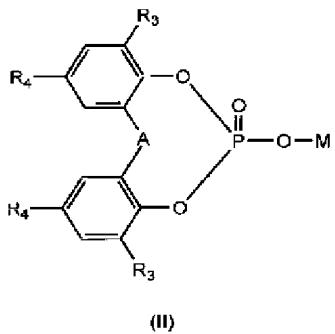


【0012】(式中、R<sub>1</sub> 及びR<sub>2</sub> はそれぞれ水素原子又は炭素数1～9のアルキル基を示し、Mはアルカリ金属を示す。)

又は一般式(II)

【0013】

【化2】



【0014】(式中、R<sub>3</sub> 及びR<sub>4</sub> はそれぞれ水素原子又は炭素数1～9のアルキル基を示し、Aは炭素数1～5のアルキリデン基を示し、Mはアルカリ金属を示す。)で表わされる。

【0015】上記一般式(I)及び(II)で表わされる有機リン酸エステル金属塩において、アルカリ金属Mは、リチウム、カリウム又はナトリウムであることが好ましく、特に、ナトリウムであることが好ましい。

【0016】また、上記一般式(I)又は(II)で表わされる有機リン酸エステル金属塩において、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>又はR<sub>4</sub>で表わされるアルキル基の具体例としては、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、s-ブチル、t-ブチル、イソブチル、アミル、t-アミル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、イソオクチル、t-オクチル、2-エチルヘキシル、ノニル等を挙げることができる。Aで表わされるアルキリデン基としては、例えば、メチレン基、エチリデン基、プロピリデン基又はブチリデン基を挙げることができる。

【0017】従って、上記一般式(I)で表わされる有機リン酸エステル金属塩の好ましい具体例として、例えば、ナトリウムビス(4-t-ブチルフェニル)ホスフェート、ナトリウムビス(4-t-アミルフェニル)ホスフェート、ナトリウムビス(4-t-オクチルフェニル)ホスフェート、ナトリウムビス(2,4-ジ-t-ブチルフェニル)ホスフェート、リチウムビス(2,4-ジ-t-ブチルフェニル)ホスフェート等を挙げることができる。

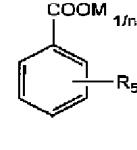
【0018】また、上記一般式(II)で表わされる有機リン酸エステル金属塩の好ましい具体例として、例え

ば、ナトリウム-2,2'-メチレンビス(4-メチル-6-t-ブチルフェニル)ホスフェート、ナトリウム-2,2'-メチレンビス(4,6-ジ-t-ブチルフェニル)ホスフェート、リチウム-2,2'-メチレンビス(4,6-ジ-t-ブチルフェニル)ホスフェート、ナトリウム-2,2'-エチリデンビス(4,6-ジ-t-ブチルフェニル)ホスフェート、リチウム-2,2'-エチリデンビス(4,6-ジ-t-ブチルフェニル)ホスフェート等を挙げることができる。

【0019】本発明によれば、上記一般式(I)又は(II)で表わされる有機リン酸エステル金属塩は、単独で、又は2種以上の混合物として用いられる。本発明において用いる芳香族カルボン酸金属塩は、好ましくは、一般式(III)

【0020】

【化3】



【0021】(式中、R<sub>5</sub>は水素原子、炭素数1～9のアルキル基又は炭素数1～9のアルコキシル基を示し、Mはアルカリ金属又はアルミニウムを示し、nは金属Mの価数を示す。)で表わされる(置換)安息香酸金属塩である。

【0022】上記一般式(III)で表わされる(置換)安息香酸金属塩において、アルカリ金属Mは、リチウム、カリウム又はナトリウムであることが好ましく、特に、ナトリウムであることが好ましい。

【0023】また、R<sub>5</sub>で表わされるアルキル基の具体例としては、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、s-ブチル、t-ブチル、イソブチル、アミル、t-アミル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、イソオクチル、t-オクチル、2-エチルヘキシル、ノニル等を挙げることができ、同様に、R<sub>5</sub>で表わされるアルコキシル基の具体例としては、例えば、上記アルキル基に対応するアルコキシル基を挙げることができる。

【0024】本発明によれば、(置換)安息香酸金属塩はナトリウム塩又はアルミニウム塩であることが好ましく、特に、(置換)安息香酸ナトリウム塩又はアルミニウム塩であることが好ましい。

【0025】従って、上記(置換)安息香酸ナトリウム塩又はアルミニウム塩の好ましい具体例として、例えば、安息香酸、p-t-ブチル安息香酸、p-メトキシ安息香酸等のナトリウム塩やアルミニウム塩を挙げることができる。

【0026】本発明によれば、このような造核剤100重量部に対して、金属石ケン10～100重量部が組合

わせて用いられる。金属石ケンは、ポリオレフィン樹脂への造核剤の分散性を高めるのに有用である。造核剤100重量部に対して、金属石ケンの割合が10重量部よりも少ないとときは、造核剤のポリオレフィン樹脂への分散性が十分でなく、延いては、剛性にすぐれるポリオレフィン樹脂組成物を得ることができない。他方、造核剤100重量部に対して、金属石ケンを100重量部を越えて用いても、造核剤の分散性を更に高めることはない。

【0027】本発明において、上記金属石ケンは、好ましくは、炭素数8～22の脂肪酸のリチウム、カリウム、ナトリウム等のアルカリ金属塩や、カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属塩のほか、アルミニウム塩や亜鉛塩等である。上記脂肪酸は飽和脂肪酸でも不飽和脂肪酸でもよく、また、直鎖状でも分岐鎖状でもよく、また、分子中に水酸基やカルボニル基を有していてもよい。また、その融点は特に限定されるものではないが、本発明に従って、回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合すると共に顆粒状に粒状化しやすいように、通常、100～250℃の範囲にあるものが好ましい。

【0028】従って、このような金属石ケンの具体例として、例えば、2-エチルヘキサン酸、ラウリン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘニン酸、オレイン酸、リノール酸、リシノレイン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等の上記金属塩を挙げることができる。これらのなかでは、特に、ステアリン酸が好ましい。また、金属塩は、特に、カルシウム塩又はマグネシウム塩が好ましい。

【0029】本発明による顆粒状造核剤組成物は、好ましくは、造核剤100重量部に上記金属石ケン10～100重量部とこの金属石ケンよりも融点が低い有機化合物からなる結着剤10重量部以上とを回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合することによって、上記結着剤を軟化させて、これら造核剤と金属石ケンと結着剤を顆粒状に粒状化してなる組成物である。

【0030】本発明において、上記結着剤は、このように、造核剤と金属石ケンとをまとめて顆粒状に粒状化するためのものであるから、用いる金属石ケンの融点よりも低い融点を有するものであれば、特に限定されることなく、種々の有機化合物を用いることができるが、しかし、通常、結着剤は、200℃以下の融点、好ましくは、50～150℃程度の融点を有するものが好ましい。

【0031】従って、このような結着剤として、例えば、高級脂肪酸、高級アルコール、ポリプロピレングリコール、脂肪酸アルキルエステル、水酸基を有していてもよい多価カルボン酸及びそのエステル、多価アルキル脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン高級アルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、脂肪族炭化水素、油脂、高級脂肪酸アミド、ロジン

及びその誘導体等を挙げることができる。

【0032】上記高級脂肪酸としては、例えば、炭素数14～40、好ましくは、16～24の飽和又は不飽和の脂肪酸が好ましく、具体例としては、例えば、ステアリン酸、イソステアリン酸、ベヘニン酸、ダイマー酸等を挙げることができる。

【0033】高級アルコールとしては、例えば、炭素数8～40、好ましくは、16～24の直鎖状又は分岐鎖状の飽和又は不飽和の脂肪族アルコールが好ましく、具体例として、例えば、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、2-エチルヘキシルアルコール、2-オクチルドデカノール、2-デシルテトラデカノール等を挙げができる。

【0034】ポリプロピレングリコールは、分子量400～7000程度のものが好ましく用いられる。

【0035】脂肪酸アルキルエステルとしては、例えば、炭素数8～22、好ましくは、14～18の飽和又は不飽和の脂肪酸と炭素数4～22の直鎖状又は分岐鎖状の飽和脂肪族アルコールとのエステルが好ましく、具体例としては、例えば、ブチルステアレート、オクチルステアレート等を挙げができる。

【0036】水酸基を有していてもよい多価カルボン酸及びそのエステルとしては、例えば、水酸基を有していてもよい炭素数2～18程度のジ、トリ又はテトラカルボン酸等の多価カルボン酸と炭素数2～22の飽和又は不飽和の脂肪族アルコールとのエステル、特に、モノ、ジ又はトリエステルが好ましい。水酸基を有していてもよい多価カルボン酸の具体例としては、例えば、コハク酸、クエン酸、リンゴ酸、アセチルクエン酸、アジピン酸、セバシン酸、ヘキサヒドロフタル酸、ブantanテトラカルボン酸等を挙げができる。他方、上記炭素数2～22の飽和又は不飽和の脂肪族アルコールとしては、例えば、ブタノール、2-エチルヘキシルアルコール、イソノニルアルコール、ラウリルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、セチルアルコール、ベヘニルアルコール、n-オクチルアルコール等を挙げができる。

【0037】従って、このような水酸基を有していてもよい多価カルボン酸のエステルの具体例として、例えば、リンゴ酸モノステアリル、クエン酸モノ、ジ又はトリステアリルエステル、アセチルクエン酸トリプチル、2-エチルヘキシルアジペート、n-オクチルアジペート、ジイソノニルアジペート、ラウリルアジペート等を挙げができる。

【0038】多価アルコール脂肪酸エステルは、全エステルでもよく、部分エステルでもよく、2～6価の多価アルコールと炭素数8～22の脂肪酸とのエステルが好ましい。特に、グリセリンと上記脂肪酸とのモノ、ジ又はトリエステルや、これらのアセチル化物のほか、ソルビタン、エチレングリコール、プロピレングリコール、

蔗糖、ペンタエリスリトール、トリメチロールプロパン、ポリグリセリン、ポリオキシエチレングリセリン、ポリオキシエチレンソルビタン、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等と上記炭素数8～22の脂肪酸とのエステルが好ましい。これらの中でも、特に、ペンタエリスリトールステアリン酸エステル、トリメチロールプロパンラウリン酸エステル、ジグリセリンステアリン酸エステル等が好ましく用いられる。

【0039】ポリオキシエチレン高級アルキルエーテルとしては、例えば、炭素数12～22程度の高級アルコールにエチレンオキサイド1～20モル程度を付加してなるものが好ましい。ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテルとしては、例えば、炭素数1～18程度のアルキル基を有するフェノールにエチレンオキサイド1～20モル程度を付加してなるものが好ましい。

【0040】脂肪族炭化水素としては、流動パラフィン、合成パラフィン、クマロン樹脂、インデン樹脂、白色鉛油、石油樹脂、水素化石油樹脂、石油系ワックス、微晶ワックス、モンタンワックス、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、無臭軽質炭化水素等を挙げることができる。特に、本発明においては、これらのなかでも、数平均分子量400～8000程度のポリエチレンワックスや数平均分子量200～9000程度のポリプロピレンワックス等のポリオレフィンワックスや、水素化石油樹脂等が好ましく用いられる。

【0041】油脂としては、水添食用油脂、水添ヒマシ油、水素化抹香鯨油、ぬか蠅等を挙げることができる。

【0042】また、高級脂肪酸アミドとしては、炭素数8～22の脂肪酸アミド、エチレンビス脂肪酸アミド等を挙げることができる。ロジン誘導体としては、代表例として、ロジンエステルを挙げることができる。

【0043】特に、本発明によれば、上述した種々の接着剤の中でも、ステアリン酸、ベヘニン酸、ダイマー酸、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、2-ヘキシルデカノール、2-オクチルドデカノール、2-デシルテトラデカノール、ブチルステアレート、オクチルステアレート、クエン酸、リンゴ酸、コハク酸、アジピン酸、ブタンテトラカルボン酸、クエン酸モノ、ジヌートリステアリルエステル、リンゴ酸モノステアリルエステル、アセチルクエン酸トリプチル、2-エチルヘキシルアジペート、オクチルアジペート、ジイソノニルアジペート、ラウリルアジペート、ぬか蠅、ペンタエリスリトールステアリン酸エステル、トリラウリン酸エステル、ジグリセリンステアリン酸エステル、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、水素化石油樹脂、グリセリンモノステアレート、グリセリンモノラウレート等のモノグリセリド類、エルカ酸アミド、ステアリン酸アミド、オレイン酸アミド等が好ましく用いられる。

【0044】本発明において、造核剤100重量部に対して、接着剤を10重量部以上、好ましくは、15重量

部以上の範囲で用いることによって、造核剤と金属石ケンと共に回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合することによって、同時に顆粒状に粒状化することができる。しかし、造核剤100重量部に対して、接着剤が10重量部よりも少ないとときは、造核剤と金属石ケンとを顆粒状に粒状化し難い。他方、接着剤を100重量部よりも多く用いても、粒状化に更なる効果はみられないほか、不経済である。従って、本発明においては、接着剤は、通常、造核剤100重量部に対して、10～100重量部、好ましくは、15～80重量部の範囲で用いられる。

【0045】本発明によれば、造核剤と金属石ケンと接着剤を回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合することによって、同時に顆粒状に粒状化することができる。このような高速固体混合機としては、例えば、ヘンシェルミキサーが好ましく用いられる。回転羽根の回転数は、目的とする顆粒の粒径にもよるが、通常、500～3000 rpmの範囲とすればよく、好ましくは、1000～2500 rpmの範囲である。通常、500 rpmよりも小さい回転速度で予備混合することが好ましい。

【0046】本発明においては、顆粒状造核剤組成物の平均粒径は、通常、50 μmから2mmの範囲であり、好ましくは、150 μmから1 mmの範囲であり、このような平均粒径を有する顆粒状造核剤組成物をポリオレフィン樹脂に配合し、例えば、押出機を用いて、溶融混練することによって、造核剤の粉末をポリオレフィン樹脂に配合し、溶融混練して分散させる場合に比べて、均一に分散させることができ、従って、得られるポリオレフィン樹脂組成物はすぐれた強度を有する。

【0047】本発明において、ポリオレフィン樹脂としては、エチレン、プロピレン、ブテン、ペンテン、ヘキセン、4-メチルペンテン、ヘプテン、オクテン等のα-オレフィンの単独重合体や共重合体、これらのα-オレフィン単位が50重量%以上であるその他の单量体との共重合体、例えば、酢酸ビニルのようなビニルエスチル、アクリル酸、メタクリル酸、無水マレイン酸等の重合性二重結合を有する不和酸やそのエスチル、アミド等の誘導体との共重合体等を挙げることができる。

【0048】具体的には、例えば、低、中又は高密度ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン-1、エチレン-プロピレンランダム共重合体、エチレン-プロピレンブロック共重合体、エチレン-プロピレン-ブテン共重合体、エチレン-ブテン共重合体、エチレン-4-メチルペンテン共重合体、プロピレン-ヘキセン共重合体、プロピレン-ヘキセン-ブテン共重合体等を挙げることができる。

【0049】本発明によるポリオレフィン樹脂組成物は、上述したようなポリオレフィン樹脂100重量部に前記顆粒状造核剤組成物を造核剤換算にて0.005～5

重量部の範囲で配合してなるものであり、このような樹脂組成物は、ポリオレフィン樹脂に前記顆粒状造核剤組成物を配合し、例えば、押出機を用いて溶融混練することによって得ることができる。ポリオレフィン樹脂100重量部に対して、顆粒状造核剤組成物の配合割合が造核剤換算にて0.005重量部よりも少ないとときは、造核剤の効果が不十分であるので、得られるポリオレフィン樹脂組成物において、剛性の向上を得ることができない。他方、ポリオレフィン樹脂100重量部に対して、顆粒状造核剤組成物の配合割合が造核剤換算にて5重量部を越えて配合しても、得られるポリオレフィン樹脂組成物において、剛性の更なる向上を得ることができず、また、不経済でもある。

【0050】本発明によるポリオレフィン樹脂組成物には、上記造核剤のほかに、必要に応じて、酸化防止剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、顔料、充填剤、難燃剤、滑剤、加工助剤等を適宜に配合してもよい。

#### 【0051】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれら実施例により何ら限定されるものではない。

#### 【0052】実施例1

(顆粒状造核剤組成物の製造) 表1に示すように、p-チーブチル安息香酸アルミニウム100重量部にステアリン酸カルシウム20重量部とステアリン酸モノグリセリド15重量部を配合し、ヘンシェルミキサーに投入して、回転羽根の回転数を500 rpmとして予備混合を行なった後、回転羽根の回転数を1800 rpmとして、攪拌混合しつつ、平均粒径350 μmの顆粒状に粒状化した。

【0053】(ポリプロピレン樹脂組成物の調製) この顆粒状造核剤組成物を1000 ppmとなるようにポリプロピレン(エチレン-プロピレンブロック共重合体、温度230°C、荷重2.16 kgfにおけるメルトフローレート8 g/10分)10 kgに配合し、単軸押出機(シリンド温度200°C)を用いて溶融混練し、ペレットに押出成形した。

【0054】(ポリプロピレン樹脂組成物における造核剤の分散性の評価) 次に、押出機のブレーカープレート前の80メッシュのスクリーンに白色の異物が付着しているかどうかを目視にて観察して、造核剤の分散性を評価した。異物がないか、又は僅かに認められるときを○、異物が認められるときを△、スクリーンの全面に異物の付着があるときを×とした。結果を表1に示す。

#### 【0055】(ポリプロピレン樹脂組成物の引張強さの

測定) 上記ペレットを射出成形機(シリンド温度250°C、金型温度50°C)にて引張試験片(JIS 2号形)を成形し、JIS K 7113に従って引張強さを測定した。また、上記と同様にして、同一の引張試験片を成形し、その平行部分を用いて、JIS K 7116に従って、曲げ弾性率を測定した。測定は、いずれについても5回行なって、それらの引張強さと曲げ弾性率のうち、それぞれ最大と最小のものを除いた3点の平均値で示す。結果を表1に示す。

#### 【0056】実施例2～16

表1及び表2に示すように、造核剤に金属石ケンと結着剤を配合し、実施例1と同様にして、平均粒径250～500 μmの顆粒状に粒状化した。このようにして調製した顆粒状造核剤組成物をそれぞれ用いて、実施例1と同様にして、ポリプロピレン樹脂組成物をペレットに押出成形して、樹脂組成物における造核剤の分散性を評価し、更に、実施例1と同様にして、上記ペレットを引張試験片(JIS 2号形)に成形して、引張強さと曲げ弾性率とを測定した。結果を表1及び表2に示す。

#### 【0057】比較例1及び2

表2に示すように、造核剤に金属石ケンと結着剤を配合し、実施例1と同様にして、平均粒径250 μmの顆粒状に粒状化した。このようにして調製した顆粒状造核剤組成物をそれぞれ用いて、実施例1と同様にして、ポリプロピレン樹脂組成物をペレットに押出成形して、樹脂組成物における造核剤の分散性を評価し、更に、実施例1と同様にして、上記ペレットを引張試験片(JIS 2号形)に成形し、引張強さと曲げ弾性率とを測定した。結果を表2に示す。

#### 【0058】比較例3

p-チーブチル安息香酸アルミニウム100重量部とステアリン酸カルシウム60重量部とをそれぞれ粉末のまま、p-t-チル安息香酸アルミニウムが1000 ppmとなるようにポリプロピレン(エチレン-プロピレンブロック共重合体、温度230°C、荷重2.16 kgfにおけるメルトフローレート8 g/10分)10 kgに配合し、単軸押出機(シリンド温度200°C)を用いて溶融混練し、ペレットに押出成形して、樹脂組成物における造核剤の分散性を評価し、更に、実施例1と同様にして、上記ペレットを引張試験片(JIS 2号形)に成形し、引張強さと曲げ弾性率とを測定した。結果を表2に示す。

#### 【0059】

#### 【表1】

	実 施 例									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
顆粒状造核剤組成物の配合(重量部)										
造核剤										
p-t-ブチル安息香酸アルミニウム	100	100	100	100	100	100			50	100
有機リン酸エステル金属塩A <sup>1)</sup>									50	
有機リン酸エステル金属塩B <sup>2)</sup>							100	100		
安息香酸ナトリウム								100		
金属石ケン										
ステアリン酸カルシウム	20	30	25	60	15	60	60	60	60	60
ステアリン酸マグネシウム										
ステアリン酸リチウム										
バインダー										
ステアリン酸モノグリセリド	15	60	25	30	20	30	30	30	30	30
牛脂硬化油										
ステアリルアルコール										
ポリプロピレンワックス <sup>3)</sup>										
樹脂組成物										
造核剤の分散性	△	○	△	○	△	○	△	○	○	○
引張強さ(kgf/mm <sup>2</sup> )	2.7	2.9	2.8	2.9	2.8	3.1	3.0	2.6	3.0	3.0
曲げ弾性率(kgf/mm <sup>2</sup> )	108.3	109.2	109.7	110.1	107.9	109.9	110.2	108.5	110.2	109.6

(注) 1) ナトリウム 2,2'-メチレンビス(4,6-ジ-t-ブチルフェニル)ホスフェート

2) ナトリウム ビス(4-t-ブチルフェニル)ホスフェート

3) 分子量7000、融点140℃

## 【0060】

【表2】

	実 施 例						比 較 例		
	11	12	13	14	15	16	1	2	3
顆粒状造核剤組成物の配合(重量部)									
造核剤									
p-t-ブチル安息香酸アルミニウム	100	100	100	100	100	100	100	100	100
有機リン酸エステル金属塩A <sup>1)</sup>									
有機リン酸エステル金属塩B <sup>2)</sup>									
安息香酸ナトリウム									
金属石ケン									
ステアリン酸カルシウム		30	60	60	60	60	30	5	60
ステアリン酸マグネシウム		30							
ステアリン酸リチウム	60								
バインダー									
ステアリン酸モノグリセリド	30	30	30		15	5	30		
牛脂硬化油									
ステアリルアルコール				30					
ポリプロピレンワックス <sup>3)</sup>					30	15			
樹脂組成物									
造核剤の分散性	○	○	○	△	△	△	×	×	×
引張強さ(kgf/mm <sup>2</sup> )	2.9	2.9	2.8	2.8	2.7	2.8	2.3	2.1	1.9
曲げ弾性率(kgf/mm <sup>2</sup> )	108.4	108.7	109.2	109.5	109.7	109.7	104.2	103.8	98.1

(注) 1) ナトリウム 2,2'-メチレンビス(4,6-ジ-t-ブチルフェニル)ホスフェート

2) ナトリウム ビス(4-t-ブチルフェニル)ホスフェート

3) 分子量7000、融点140℃

【0061】比較例1による顆粒状造核剤組成物は、造核剤に対して接着剤の割合が少ないので、均一な顆粒状の粒状化物を得ることができず、得られる組成物はポリオレフィン樹脂への分散が十分でなく、剛性にすぐれるポリオレフィン樹脂を与えない。比較例2による顆粒状

造核剤組成物は、造核剤に対して金属石ケンの割合が少ないので、得られる組成物はポリオレフィン樹脂への分散が十分でなく、剛性にすぐれるポリオレフィン樹脂を与えない。

【0062】他方、比較例3は、造核剤と金属石ケンを

微粉末のまま、ポリオレフィン樹脂に加え、溶融混練し、ペレットに成形したものであって、造核剤がポリオレフィン樹脂中に均一に分散しておらず、従って、得られる樹脂組成物は、剛性において劣るものである。

## 【0063】

【発明の効果】以上のように、本発明による顆粒状造核剤組成物は、造核剤と金属石ケンと結着剤とを回転羽根を備えた高速固体混合機にて混合すると共に上記結着剤を軟化させて顆粒状に粒状化してなる組成物であって、これをポリオレフィン樹脂に配合し、溶融混練すること

によって、造核剤を粉末のまま、ポリオレフィン樹脂に配合し、溶融混練する場合に比べて、格段に均一に分散させることができる。

【0064】従って、このようにして得られるポリオレフィン樹脂組成物は、造核剤を粉末のまま、ポリオレフィン樹脂に配合してなる樹脂組成物に比べて、剛性の改善の効果が著しく高く、また、樹脂に同じ性能を与えるために必要とされる造核剤の配合量を低減することができる、樹脂組成物の製造費用の低減を実現することができる。

## フロントページの続き

(72)発明者 辻本 英雄

大阪府堺市戎島町5丁1番地 堀化学工業  
株式会社内

F ターム(参考) 4J002 AE032 AE042 AE052 AF022  
BA012 BB031 BB032 BB041  
BB051 BB061 BB071 BB081  
BB091 BB101 BB121 BB122  
BB141 BB151 BB171 BP021  
CH022 DJ046 EA018 EC068  
EF008 EF018 EG027 EG037  
EG047 EG076 EH038 EH048  
EH058 EH088 EH148 EP008  
EW046 FD202 FD208